

15.02.2005

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年12月11日

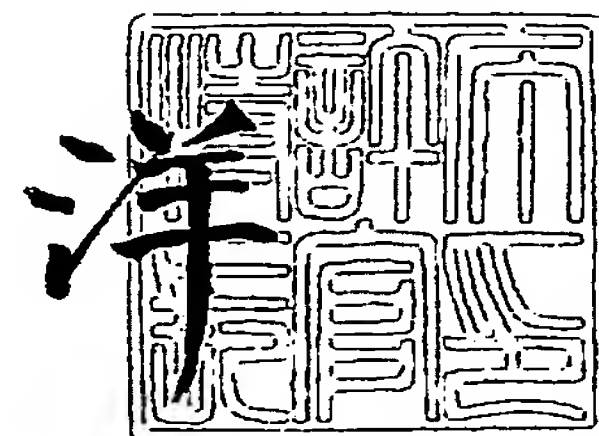
出 願 番 号
Application Number: 特願2003-413533
[ST. 10/C]: [JP2003-413533]

出 願 人
Applicant(s): 電気化学工業株式会社

2005年 3月24日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 A105880
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C23C 14/24
H05B 3/02

【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市新開町 1 電気化学工業株式会社 大牟田工場内
【氏名】 横田 博

【発明者】
【住所又は居所】 東京都町田市旭町 3 - 5 - 1 電気化学工業株式会社 大牟田工場内
【氏名】 徳永 文夫

【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市新開町 1 電気化学工業株式会社 大牟田工場内
【氏名】 岩元 健太郎

【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市新開町 1 電気化学工業株式会社 大牟田工場内
【氏名】 木村 政光

【発明者】
【住所又は居所】 福岡県大牟田市新開町 1 電気化学工業株式会社 大牟田工場内
【氏名】 渡辺 祥二郎

【特許出願人】
【識別番号】 000003296
【氏名又は名称】 電気化学工業株式会社
【代表者】 晝間 敏男

【手数料の表示】
【予納台帳番号】 028565
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

窒化硼素、二硼化チタン、カルシウム化合物及び窒化チタンを含有してなる相対密度が 92% 以上のセラミックスであり、カルシウム化合物が CaO 換算として 0.05 ~ 0.8 質量%、窒化チタンに由来する (200) 面の X 線回折によるピーク強度が、BN の (002) 面のピーク強度に対して 0.06 ~ 0.15 であることを特徴とするセラミックス。

【請求項 2】

窒化チタンの一部又は全部が、粒界相に存在していることを特徴とする請求項 1 記載のセラミックス。

【請求項 3】

窒化アルミニウムを更に含有してなることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のセラミックス。

【請求項 4】

窒化硼素結晶の C 軸格子定数が 6.675 Å 以下、酸素量が 1 ~ 2 質量%であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載のセラミックス。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 記載のいずれかのセラミックスで構成されてなることを特徴とする金属蒸発用発熱体。

【請求項 6】

二硼化チタン粉末と窒化硼素粉末とカルシウム系焼結助剤とを含み、必要に応じて窒化アルミニウム粉末を含有してなる混合原料粉末を、非酸化性雰囲気中、温度 1800 ~ 2100 °C で焼結する方法であって、上記窒化硼素粉末が、窒化硼素結晶の C 軸格子定数が 6.690 Å 以下、累積平均径が 4 ~ 20 μm 、BET 比表面積が 25 ~ 70 m^2/g 、酸素量が 1.0 ~ 2.5 質量%の窒化硼素粉末であり、上記混合原料粉末中のカルシウム系焼結助剤の含有率が CaO 換算として 0.09 ~ 0.8 質量%であることを特徴とするセラミックスの製造方法。

【請求項 7】

カルシウム系焼結助剤が、 CaO 、 Ca(OH)_2 及び CaCO_3 から選ばれた少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 6 記載のセラミックスの製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】セラミックス、セラミックスの製造方法、金属蒸発用発熱体

【技術分野】

【0001】

本発明は、セラミックス、セラミックスの製造方法、金属蒸発用発熱体に関する。

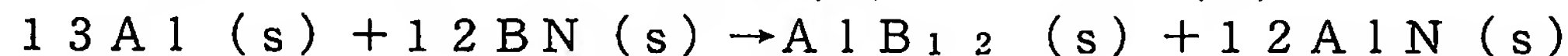
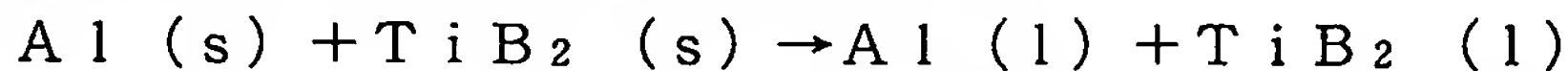
【背景技術】

【0002】

従来、金属蒸着用発熱体としては、例えば窒化硼素 (BN)、窒化アルミニウム (AlN)、窒化硼素 (TiB₂) を主成分とするセラミックスの上面にキャビティを形成させたボート形状 (以下、「ボート」という。) が知られており (特許文献1)、その市販品の一例として電気化学工業社製商品名「BNコンポジットEC」がある。キャビティのない形状もある。これの使用法は、ボートの両端をクランプで電極につなぎ電圧を印加することによってそれを発熱させ、キャビティに入れられたアルミニウム線材等の金属を溶融・蒸発させ蒸着膜を得た後冷却される。

【0003】

このようなボートにあっては、溶融金属がボートを腐食してボートの有効断面及び電気抵抗を変動させ、十分な蒸着速度が取れなくなる。たとえば、溶融金属がアルミニウムである場合には、次の反応式で腐食が起こる。



【0004】

また、腐食はキャビティ部で局所的に起こることが多いので、被蒸着物の膜厚分布が十分に取れなくなり、ボートの寿命となる。ボート寿命を延ばすためには、ボートの相対密度を95%以上にすればよいが (特許文献2)、それには圧力100~300MPaという高圧が必要となるので設備費が嵩み、また生産性も劣る。一方、ボート中のBNの結晶配向に異方性が生じないようにホットプレス焼結体からの切り出し方法を工夫することの提案もある (特許文献3)。しかしながら、これらの改良にも関わらず、アルミニウム蒸着中の高温下では上記反応が徐々に進行し、長寿命化にはまだまだ改善の余地があった。

【特許文献1】特公昭53-20256号公報

【特許文献2】特開昭60-21866号公報

【特許文献3】特公平5-66906号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

そこで、本発明者らは更に検討した結果、特定の非晶質BN粉末を含む混合原料粉末を用い、それを結晶化させながら焼成すると、得られたセラミックスの粒界相には窒化チタンが存在し、従来のように腐食の進行が速まる非晶質かつ酸素量の多い粒界相とは異なるものになることを見だし、本発明を完成させたものである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

すなわち、本発明は、窒化硼素、二硼化チタン、カルシウム化合物及び窒化チタンを含有してなる相対密度が92%以上のセラミックスであり、カルシウム化合物がCaO換算として0.05~0.8質量%、窒化チタンに由来する(200)面のX線回折によるピーク強度が、BNの(002)面のピーク強度に対して0.06~0.15であることを特徴とするセラミックスである。この場合において、窒化チタンの一部又は全部が粒界相に存在していることが好ましい。また、窒化アルミニウムを更に含有していることが好ましい。さらには、窒化硼素結晶のC軸格子定数が6.675Å以下、酸素量が1~2質量%の条件を同時に満たしていることが特に好ましい。

【0007】

また、本発明は、上記セラミックスで構成されてなることを特徴とする金属蒸発用発熱

体である。

【0008】

さらに、本発明は、二硼化チタン粉末と窒化硼素粉末とカルシウム系焼結助剤とを含み、必要に応じて窒化アルミニウム粉末を含有してなる混合原料粉末を、非酸化性雰囲気中、温度1800～2100℃で焼結する方法であって、上記窒化硼素粉末が、窒化硼素結晶のC軸格子定数が6.690Å以下、累積平均径が4～20μm、BET比表面積が25～70m²/g、酸素量が1.0～2.5質量%の窒化硼素粉末であり、上記混合原料粉末中のカルシウム系焼結助剤の含有率がCaO換算として0.09～0.8質量%であることを特徴とするセラミックスの製造方法である。この場合において、カルシウム系焼結助剤が、CaO、Ca(OH)₂及びCaCO₃から選ばれた少なくとも1種であることが好ましい。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、熔融金属に対する耐食性が改善されたセラミックスと、その製造に適用できるセラミックスの製造方法が提供される。また、長寿命化を達成できる金属蒸発用発熱体が提供される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

本発明のセラミックスを構成する主成分は、窒化硼素と二硼化チタンである。これによって、セラミックスを絶縁性かつ導電性とすることができ、例えば金属蒸発用発熱体等の用途に適したものとなる。この場合、窒化硼素は絶縁材として機能するので、その最大50質量%までを同じ絶縁材である窒化アルミニウムで置き換えることができ、それによって通電特性が改善され、また低コスト化が可能となる。主成分の構成比率の一例を示すと、窒化硼素40～55質量%、二硼化チタン45～60質量%、窒化アルミニウム0～20質量%である。これらの主成分は、セラミックス中、95質量%以上の含有率であることが好ましい。

【0011】

一方、本発明のセラミックスを構成する上記主成分以外の成分は、カルシウム化合物と窒化チタンである。カルシウム化合物は、セラミックスの相対密度を92%以上にするために必要な成分であり、その含有率はCaO換算として0.05～0.8質量%である。0.05質量%より少ないと、相対密度を92%以上にするのが困難となり、0.8質量%より多いと、相対密度を92%以上にするができるが、セラミックスの焼結中に治具等と焼き付きを起こす恐れがある。相対密度92%以上の要件は、セラミックスの耐食性を十分なものとするために必要である。

【0012】

窒化チタンは、セラミックスに耐食性を付与させる成分であり、少なくとも粒界相に存在させる。粒界相におけるTiNの存在は、その断面研磨部のEPMA(X線マイクロアナライザー)による元素分布状態と粉末X線回折法とを併用することによって確認することができる。窒化チタンの含有率は、TiNに由来する(200)面のX線回折によるピーク強度が、BNの(002)面のピーク強度に対して0.06～0.15の割合とする。すなわち、X線ピーク強度比(TiN(200)面/BN(002)面)が、0.06～0.15の割合とする。この比率が0.06よりも小さいと耐食性の改善効果が不十分であり、0.15よりも多いとセラミックスが硬くなりすぎて加工性が悪化する。

【0013】

TiNを少なくとも粒界相に存在させることによって、セラミックスの耐食性が改善される理由については、TiNの熔融金属に対する親和性が他の粒界相の構成成分(B₂O₃、TiO₂、Al₂O₃)よりも小さいことで説明される。すなわち、熔融金属がAlである場合を例にとって説明すると、Al-X(X=粒界構成成分)の生成時の自由エネルギーGを熱力学的にAlが濡れ広がる温度1000℃で求めると、Al-B₂O₃が-56.1kJ/mol、Al-TiO₂が-83.7kJ/molであるのに対し、Al

-TiNは -12.2 kJ/mol となり、TiNはAlとの親和性が小さく耐食性が向上する。

【0014】

本発明のセラミックスにおいては、窒化硼素結晶のC軸格子定数が 6.675 \AA 以下、酸素量が1～2質量%を同時に満たすことによって、耐食性が更に改善される。すなわち、C軸格子定数が 6.675 \AA よりも大きくなると結晶性の低い、結晶歪みの大きなBNとなるので熔融金属による腐食を受けやすくなる。更に言えば、結晶性の低いBN粒子は固溶酸素や積層欠陥等を多く含有し、このような粒子内の構造欠陥が熔融金属による腐食の起点となる。C軸格子定数の下限には制限がなく、理論値の 6.662 \AA まで可能である。

【0015】

また、セラミックスの酸素量が1～2質量%であることの好ましい理由を説明すると、本発明のセラミックスにあつては、酸素は主に粒界である、BN (AlN) とTiB₂粒子の隙間に存在することがわかっており、一般的にその融点はBN、AlN及びTiB₂に比べて低い。酸素量が2質量%をこえると、低融点な粒界相は、ボート等セラミックスの使用温度において液相を形成し、熔融金属等との反応が起こりやすくなり、耐食性が損なわれる。また、酸素量が1質量%未満ではBN (AlN) とTiB₂の粒子間結合力が不十分となり、耐食性が損なわれる。

【0016】

本発明のセラミックスの製造方法は、本発明のセラミックスを製造するのに適合するものである。以下、これについて説明する。

【0017】

本発明で使用される混合原料粉末は、二硼化チタン粉末（以下、「TiB₂粉末」ともいう。）と窒化硼素粉末（以下、「BN粉末」ともいう。）とカルシウム系焼結助剤とを含み、必要に応じて窒化アルミニウム粉末（以下、「AlN粉末」ともいう。）を含有してなるものである。焼結前後において成分の構成比率は殆ど変化しないので、各粉末の混合割合は、上記したセラミックスの構成比率と同じにすることができる。このような混合原料粉末は、従来も使用されているが、本発明で重要なことは、特定の非晶質BN粉末を用い、特定量のカルシウム系焼結助剤の存在下、非晶質BN粉末を結晶化させながら焼結することである。

【0018】

本発明で使用されるBN粉末は、窒化硼素結晶のC軸格子定数が 6.690 \AA 以下、累積平均径が $4 \sim 20 \mu\text{m}$ 、BET比表面積が $25 \sim 70 \text{ m}^2/\text{g}$ 、酸素量が1.0～2.5質量%のものである。

【0019】

市販のBN粉末には、非晶質のものから高結晶性のものまで幅広くあるが、これまで好適であるとされた高結晶質BN粉末を用いたのでは、耐食性の改善効果には限度があることがわかった。そこで、本発明では、酸素量が1.0～2.5質量%かつC軸格子定数が 6.690 \AA 以下である、低酸素かつ非晶質のBN粉末を用いることによって、従来の高結晶質BN粉末を用いた耐食性のレベルを凌ぐことができ、更にBN粉末の粒度を、累積平均径が $4 \sim 20 \mu\text{m}$ 、BET比表面積が $25 \sim 70 \text{ m}^2/\text{g}$ とすることによって、この効果が助長される。

【0020】

すなわち、低酸素かつ非晶質のBN粉末を含む混合原料粉末を、特定量のカルシウム系焼結助剤の存在下、特定条件で焼結すると、得られたセラミックスの粒界相はTiNを主相としたものとなる、すなわちセラミックスの上記X線ピーク強度比 (TiN (200) 面/BN (002) 面) が0.06～0.15となり、耐食性が改善されることを突き止めた。TiN相生成のメカニズムについては定かではないが、焼結過程でTiB₂粒子の表面酸化層であるTiO₂とBN粉末の表面に存在するB₂O₃とが反応して液相を形成し、この液相中にBN粒子が溶解して再析出すると同時に、TiO₂が窒化を受けてTi

Nが生成したものと考えている。

【0021】

本発明において、BN粉末のC軸格子定数が 6.690 \AA をこえると、得られたセラミックスには非晶質BNが残存し耐食性は向上しない。累積平均径が $4\text{ }\mu\text{m}$ 未満では酸素量を2.5質量%以下に制御することが困難となる。累積平均径が $20\text{ }\mu\text{m}$ をこえるか、又はBET比表面積が $25\text{ m}^2/\text{g}$ 未満では、相対密度が92%以上のセラミックスを製造することができない。BET比表面積が $70\text{ m}^2/\text{g}$ をこえると、焼結前の成形体密度が小さくなり、これまた相対密度が92%以上のセラミックスを製造することができない。BN粉末の酸素量が1.0質量%未満では焼結に必要な酸素量が不足し、また2.5質量%をこえると粒界相に酸素が過剰に析出し耐食性が不十分となる。

【0022】

本発明で使用されるBN粉末は、例えば硼砂と尿素の混合物をアンモニア雰囲気中で 800°C 以上に加熱する方法、硼酸又は酸化硼素と磷酸カルシウムの混合物をアンモニウム、ジシアンジアミド等の含窒素化合物を 1300°C 以上に加熱する方法などによって製造することができる。いずれのBN粉末にあっても、酸素量1.0～2.5質量%の制御は、窒素、アルゴン等の非酸化性ガス雰囲気下、温度 $1100\sim 1300^\circ\text{C}$ で3～5時間の加熱処理をして行われる。加熱処理温度が 1300°C をこえると、BN粉末のC軸格子定数が 6.690 \AA をこえ、高結晶質BN粉末となる。なお、加熱処理後に0.1～1%の硝酸等の希酸で洗浄しておくことは好ましい。

【0023】

カルシウム系焼結助剤の混合原料粉末中の含有率が、CaO換算として0.09質量%未満では、非晶質BN粉末を結晶化させつつ焼結することが困難となり、また0.8質量%をこえると、粒界相への残留が増加し、耐食性が不十分となる。カルシウム系焼結助剤としては、各種カルシウムの酸化物の他に、例えば CaCN_2 、硝酸カルシウム等の窒化物や、例えば $\alpha\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 、 $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$ 等のように、加熱によってカルシウム酸化物に変化する物質が用いられるが、好ましくはCaO、 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 CaCO_3 である。カルシウム系焼結助剤の平均粒子径は $0.8\text{ }\mu\text{m}$ 以下、特に $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

【0024】

TiB₂粉末、AlN粉末としては、Ti粉末又はAl粉末を直接窒化反応させて製造されたもの、TiO₂粉末又はAl₂O₃の粉末を還元窒化反応させて製造されたものなどが使用され、平均粒子径は $5\sim 25\text{ }\mu\text{m}$ であることが好ましい。これらは市販品で十分である。

【0025】

混合原料粉末は、好ましくは造粒されてから、非酸化性雰囲気中、温度 $1800\sim 2100^\circ\text{C}$ で焼結される。たとえば、一軸加圧又は冷間等方圧加圧した後、温度 $1800\sim 2100^\circ\text{C}$ で常圧焼結するか、又は0.8MPa以下のガス雰囲気下で常圧焼結する。更には、 $1800\sim 2100^\circ\text{C}$ 、 $1\sim 100\text{ MPa}$ のホットプレス又は熱間等方圧プレスで焼結することもできる。焼結温度が 1800°C よりも低いと焼結不足となり、また 2100°C をこえると、相対密度を92%以上のセラミックスを製造することができない。非酸化性雰囲気としては、例えば窒素、アルゴン、炭酸ガス、アンモニア等の雰囲気が用いられる。

【0026】

なお、焼結は、黒鉛製容器、窒化硼素製容器、窒化硼素で内張した容器に収納し、非酸化性雰囲気中で行うことが望ましい。ホットプレス法では、黒鉛又は窒化硼素製スリーブ、窒化硼素で内張したスリーブを用いて焼結する。

【0027】

本発明のセラミックスから、本発明の金属蒸着用発熱体、例えばボートを製作するには、常法により適宜形状に加工する。その寸法の一例を示せば、縦 $130\sim 150\text{ mm}$ ×幅 $25\sim 35\text{ mm}$ ×高さ $8\sim 12\text{ mm}$ の短冊状であり、ボートにあってはその上面中央部に

キャビティ（縦90mm～120mm×幅20～32mm×深さ0.5～2.0）が形成される。加工は、機械加工、レーザー加工等によって行われる。

【実施例】

【0028】

実施例1～10 比較例1～7

TiB₂粉末（平均粒子径12μm、純度99.9質量%以上）、AlN粉末（平均粒子径10μm、純度98.5質量%）、CaO粉末（平均粒子径0.5μm、純度99.9質量%以上）、及び表1に示される各種のBN粉末を表1に示す割合で混合して種々の混合原料粉末を調整した。これを黒鉛ダイスに充填し、窒素雰囲気中、表2に示す条件でホットプレスを行ってセラミックス（直径200mm×高さ20mmの円柱形）を製造した。

【0029】

このセラミックスから、直方角柱体（長さ150mm×幅30mm×厚み10mm）を切り出し、その表面の中央部にキャビティ（幅26mm×深さ1mm×長さ120mm）を機械加工により形成しボートを製作した。ボートの（1）耐食性と（2）寿命を以下に従って測定した。

【0030】

（1）耐食性：ボートの端部をクランプで電極につなぎキャビティ中央部の温度が1500℃となるように印加電圧を設定した。真空度 2×10^{-2} Paの真空中、直径1.5mmのアルミニウムワイヤーを6.5g/分の一定速度で40分間、キャビティに供給しながら蒸着を行った後室温まで冷却することを1サイクルとし、繰り返し行った。毎回、サンプルを取り出してキャビティ部で最も浸食された深さをレーザー変位計（機器：キーンエンス社製「LT-9000」）を用いて測定し、ボートが40分間で浸食される速度を求めた。浸食速度が小さいほど耐食性の良好なセラミックスと言える。

【0031】

（2）ボート寿命：ボート上方200mmの位置で、樹脂フィルム上に蒸着されたアルミニウム蒸着膜の厚みが2000Å以下になったときのサイクル数を求め、ボートの寿命とした。また、セラミックスの相対密度、BNのC軸格子定数、酸素量、カルシウム化合物量、粒界相、及び上記X線ピーク強度比（TiN（200）面／BN（002）面）を以下に従って測定した。それらの結果を表2に示す。

【0032】

（3）相対密度：実測密度と理論密度から算出した。

（4）C軸格子定数：粉末X線回折法（機器：理学社製「RAD-B」）により、40kV、100mAの条件で試料を2θで10°～70°の範囲で測定し、リートベルト法によりBN結晶のC軸格子定数を計算して求めた。

（5）酸素量：酸素素分析装置（昇温分析法）（機器：LECO社製「TC-436」）により測定した。

（6）カルシウム化合物量：日本ジャーレルアッシュ製「ICP-AES, MODEL ICA P-1000S」を用いて定量した。

（7）粒界相：粒界相におけるTiNの存在は、ボートを直径5mmの断面形状に加工し、その断面研磨部をEPMA（X線マイクロアナライザー）により元素分布状態を測定し、更に粉末X線回折法により粒界相を同定した。

（8）X線ピーク強度比（TiN（200）面／BN（002）面）：上記粉末X線回折結果から求めた。

【0033】

【表 1】

		BN粉末				BN粉末含有量 (質量%)	TiB ₂ 粉末含有量 (質量%)	AlN粉末含有量 (質量%)	CaO粉末含有量 (質量%)
		C軸格子定数 (Å)	BET比表面積 (m ² /g)	累積平均径 (μm)	酸索量 (質)				
実施例	1	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	2	6.681	45	4.3	1.6	30.30	49.50	19.50	0.70
	3	6.677	32	18.5	1.0	30.30	49.50	19.50	0.70
	4	6.688	68	4.0	2.4	30.30	49.50	19.50	0.70
	5	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	20.11	0.09
	6	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	7	6.671	29	4.2	1.1	25.20	47.50	26.60	0.70
	8	6.688	54	8.3	2.4	30.30	49.50	19.50	0.70
	9	6.674	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	10	6.678	29	4.2	1.1	48.20	51.00	0.00	0.80
比較例	1	6.692	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	2	6.678	24	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	3	6.678	72	4.1	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	4	6.678	68	3.0	2.6	30.30	49.50	19.50	0.70
	5	6.678	32	25.3	1.2	30.30	49.50	19.50	0.70
	6	6.678	29	4.2	3.5	30.30	49.50	19.50	0.70
	7	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	20.20	0.00
	8	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	9	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	0.70
	10	6.678	29	4.2	0.7	30.30	49.50	19.50	0.70
	11	6.678	29	4.2	1.1	30.30	49.50	19.50	1.00

【0034】

【表 2】

		焼成条件		セラミックスの特性						浸食速度 ($\mu\text{m}/\text{min}$)	寿命 (回)
		ホットプレス圧力 (MPa)	焼結温度 ($^{\circ}\text{C}$)	相対密度 (%)	BNのC軸格子定数 (Å)	酸素量 (質量%)	カルシウム化合物含有量 (CaO換算質量%)	粒界相	TiNとBNのピーク強度比 $I_{\text{TiN}}(200)/I_{\text{BN}}(001)$		
実施例	1	25	2000	96.5	6.668	1.45	0.65	TiN	0.12	4.21	18
	2	25	2000	96.9	6.664	1.52	0.66	TiN	0.09	5.02	17
	3	25	2000	95.8	6.672	1.43	0.68	TiN	0.10	5.11	17
	4	25	2000	97.4	6.667	1.98	0.60	TiN	0.11	4.01	19
	5	25	2000	94.8	6.675	1.86	0.05	TiN、 TiO ₂	0.06	5.68	15
	6	25	1900	95.5	6.671	1.74	0.64	TiN	0.09	5.55	16
	7	25	2000	97.1	6.674	1.88	0.65	TiN	0.10	4.55	18
	8	25	2000	97.3	6.670	1.97	0.66	TiN	0.11	5.12	17
	9	30	2000	97.7	6.669	1.31	0.66	TiN	0.14	5.23	17
	10	20	2100	97.1	6.662	1.15	0.77	TiN	0.06	4.11	19
比較例	1	25	2000	94.3	6.686	1.75	0.65	TiO ₂	0.00	8.52	8
	2	25	2000	91.3	6.678	1.83	0.68	TiN	0.05	8.32	10
	3	25	2000	90.5	6.678	1.88	0.60	TiN	0.04	6.98	10
	4	25	2000	94.9	6.675	2.33	0.61	非晶質	0.00	10.34	8
	5	25	2000	90.1	6.678	1.25	0.52	TiO ₂	0.00	12.22	6
	6	25	2000	95.4	6.675	2.47	0.62	TiO ₂	0.00	9.67	8
	7	25	2000	91.1	6.676	2.02	0.00	非晶質	0.00	9.45	9
	8	25	2150	91.5	6.668	0.90	0.34	TiN	0.12	8.57	7
	9	25	1750	87.3	6.678	2.02	0.04	非晶質	0.02	14.53	6
	10	25	2000	86.5	6.677	1.78	0.02	非晶質	0.00	15.28	6
	11	25	2000	97.2	6.664	2.31	0.85	TiN	0.13	8.99	9

【0035】

表1、2に示されるように、本発明のセラミックスは浸食速度が $6\text{mm}/\text{min}$ 以下に抑えられていることから耐食性が大幅に改善されており、またそれを用いて製作されたボートは、15サイクル以上の長寿命であることがわかる。

【産業上の利用可能性】

【0036】

本発明のセラミックスは、例えばボート等の金属蒸着用発熱体として、また本発明の金属蒸発用発熱体は、例えばアルミニウム、銅、銀、亜鉛等の金属をフィルム、セラミックス等の基材に蒸着する際の治具として使用することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 熔融金属に対する耐食性が改善されたセラミックスと、その製造に適用できるセラミックスの製造方法を提供する。長寿命化を達成できる金属蒸発用発熱体を提供する。

【解決手段】 窒化硼素、二硼化チタン、カルシウム化合物及び窒化チタンを含有してなる相対密度が92%以上のセラミックスであり、カルシウム化合物がCaO換算として0.05～0.8質量%、窒化チタンに由来する(200)面のX線回折によるピーク強度が、BNの(002)面のピーク強度に対して0.06～0.15であることを特徴とするセラミックス。このセラミックスの製造に適用できるセラミックスの製造方法。このセラミックスで構成された金属蒸発用発熱体。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 4 1 3 5 3 3
受付番号	5 0 3 0 2 0 4 2 9 0 4
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 1 2 月 1 2 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年12月11日
-------	-------------

特願 2 0 0 3 - 4 1 3 5 3 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 3 2 9 6]

1. 変更年月日 2 0 0 0 年 1 2 月 4 日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号

氏 名 電気化学工業株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/018862

International filing date: 10 December 2004 (10.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-413533
Filing date: 11 December 2003 (11.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 07 April 2005 (07.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse